

PCT

世界知的所有権機関

国際事務局



特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6  A47G 9/00, C08F 8/00	A1	(11) 国際公開番号  WO96/22044
(21) 国際出願番号  (22) 国際出願日	PCT/JP96/00065 1996年1月18日(18.01.96)	(43) 国際公開日  1996年7月25日(25.07.96)
(30) 優先権データ  特願平7/24702 1995年1月18日(18.01.95) JP	<p>渡辺 隼(WATANABE, Takashi)[JP/JP] 〒979-01 福島県いわき市勿来町崖田町通4-20 Fukushima, (JP)</p> <p>伊藤正憲(ITOH, Masanori)[JP/JP] 〒979-01 福島県いわき市川部町根小屋73-5 Fukushima, (JP)</p>	
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)  呉羽化学工業株式会社 (KUREHA KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA)[JP/JP] 〒103 東京都中央区日本橋堀留町1丁目9番11号 Tokyo, (JP)	<p>(81) 指定国 AU, CA, CN, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p>	
(72) 発明者: および  (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ)  渡辺武雄(WATANABE, Takeo)[JP/JP] 〒974 福島県いわき市錦町花ノ井78-31 Fukushima, (JP) 飯村上三(IIMURA, Kamizo)[JP/JP] 〒979-01 福島県いわき市勿来町酒井竹ノ内66-2 Fukushima, (JP) 吉田栄次(YOSHIDA, Eiji)[JP/JP] 〒974 福島県いわき市小浜町北の作33-25 Fukushima, (JP) 小林勝弘(KOBAYASHI, Katuhiro)[JP/JP] 〒319-15 茨城県北茨城市中郷町小野矢指79-5 Ibaraki, (JP)	<p>添付公開書類 請求の範囲の補正の期限前であり、補正書受領の際には再公開される。</p>	

(54) Title : METHOD OF DUSTING PREVENTION AND MITE-CONTROL AND ANTIBACTERIAL TREATMENT OF BUCKWHEAT HUSKS

(54) 発明の名称 ソバ殻の粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法

(57) Abstract

A method of dusting prevention and mite-control and antibacterial treatment of buckwheat husks which comprises either adhering a mixture of a mite-control or antibacterial component, a hydrophilic polymer and water to buckwheat husks or allowing the buckwheat husks to absorb this mixture followed by drying, or adhering a mixture of a hydrophilic polymer and water to buckwheat husks or allowing the buckwheat husks to absorb this mixture followed by drying and further adhering a mixture of a mite-control or antibacterial component and an organic solvent to buckwheat husks or allowing the buckwheat husks to absorb this mixture followed by drying. Thus it becomes possible to provide a method for producing buckwheat husks which are extremely reduced in dusting in prolonged use and have mite-control and antibacterial characteristics.

(57) 要約

ソバ殻に、防ダニ性もしくは抗菌性成分と、親水性高分子及び、水との混合物を付着もしくは、吸收させた後、乾燥するか、ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸收させた後、乾燥し、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物を付着もしくは、吸收させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法により、対塵耗性に優れ、長期使用による粉だちが極度に少なく、防ダニ性及び、抗菌性を有するソバ殻の製造方法を提供することが可能になった。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AL	アルバニア	DE	ドイツ	LI	リヒテンシュタイン	PL	ポーランド
AM	アルメニア	DK	デンマーク	LL	セントルシア	PT	ポルトガル
AT	オーストリア	ES	エストニア	LR	スリランカ	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	FI	フィンランド	LS	リベリア	RU	ロシア連邦
AZ	アゼルバイジャン	FR	フランス	LT	リトアニア	SD	スードン
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GA	ガボン	LU	ルクセンブルグ	SG	スウェーデン
BB	バルバドス	GB	イギリス	LV	ラトヴィア	SI	シングапール
BE	ベルギー	GE	グルジア	MC	モナコ	SK	スロベニア
BF	ブルガリア	GN	ギニア	MD	モルドヴァ共和国	SN	スロバキア
BG	ブルガリア	GR	ギリシャ	MG	マダガスカル	SS	スネガル
BJ	ベナン	HUE	ハンガリー	MK	マケドニア旧ユーゴスラ	TD	スウェーデン
BR	ブラジル	IE	アイルランド	ML	ヴァイア共和国	TG	チャド
BY	ベラルーシ	IL	イスラエル	MN	マリ	TJ	トーゴ
CA	カナダ	IS	アイスランド	MR	モンゴル	TM	タジキスタン
CF	中央アフリカ共和国	IT	イタリア	MW	モーリタニア	TR	トルコメニスタン
CG	コンゴ	JP	日本	MX	マラウイ	TT	トルコ
CH	スイス	KE	ケニア	NE	メキシコ	TA	トリニダード・トバゴ
CI	コート・ジボアール	KG	キルギスタン	NL	ニジエール	UG	トクリニーナ
CM	カメルーン	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NO	オランダ	UZ	ウガンダ
CN	中国	KR	大韓民国	NZ	ノールウェー	VN	アメリカ合衆国
CU	キューバ	KZ	カザフスタン		ニュージーランド		ウズベキスタン
CZ	チェコ共和国						ヴィエトナム

- 1 -  
明細書

## ソバ殻の粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法

### 技術分野

本発明は、寝具類の充填素材及び、継衝素材として好適に使用できる、ソバ殻の粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法及び、これらの処理を施したソバ殻に関する。

### 技術背景

古くからソバ殻や胡殻等の穀物殻が、枕などの充填素材として使われている。

さらに、より快適に使用できるソバ殻を提供するため、加熱や燻蒸による、殺虫、殺菌方法が提案されている。

しかしながら、ソバ殻を加熱や燻蒸処理しても、時間の経過とともに、虫がついたり、カビが発生する。また、これらの方法では、使用中にソバ殻がつぶれて、粉だちするのを防ぐことができない。さらに、ソバ殻に付着した実の破碎片が使用中に微細化して空気中に飛散し、アレルゲンとなる恐れもある。

そこで、本発明者らは、ソバ殻の通気性を維持して、上記の衛生上の問題を解決することを課題とした。

### 発明の開示

本発明者らは、親水性高分子もしくは、親水性高分子と防ダニ性もしくは抗菌性成分を、ソバ殻に施すことにより、上記の課題を解決できることを見いだし、本発明を完成した。

- 2 -

本発明は次の構成上の特徴を有する。

第1の発明は、ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止処理方法に関し、第2の発明は、この粉だち防止処理を施したソバ殻に関する。

第3の発明は、ソバ殻に、防ダニ性もしくは抗菌性成分と、親水性高分子及び、水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法に関し、第4の発明は、この粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理を施したソバ殻に関する。

第5の発明は、ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥し、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法に関し、第6の発明は、この粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理を施したソバ殻に関する。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明で使用するソバ殻は、日本産、中国産、カナダ産等のいずれの産地のソバから得られるものでも差し支えない。通常、見かけ比重は0.08～0.20程度である。

生活環境下でのソバ殻の平衡水分時の含水率は、通常13～14%程度、高温多湿時18%程度である。通常は、これらの含水率もしくはそれ以下の含水率のソバ殻を、防ダニ性もしくは抗菌性成分及び／または、親水性高分子を付着もしくは吸収させるのに使用する。

脱殻工程を経て得られるソバ殻には、未脱殻のソバ、実の破碎片、ソバ殻破碎片、小動物由来の異物等（以下、これらを総じて混入物と記載する）が含まれている場合がある。これらの混入物が含まれている場合には、斜面篩、振動篩等による篩分法もしくは、流体の抵抗を利用する

- 3 -

分離法等の機械的分離法で、混入物を除いたソバ殻を使用するのが本発明では好ましい。

本発明で使用する親水性高分子は、構造式中に親水基を有する高分子であって、好ましくは水溶性高分子であり、天然高分子、半合成高分子、合成高分子のいずれでも使用できる。

例えば、水溶性デンプン、CMC（カルボキシメチルセルロースの略。セルロースの水酸基の一部をカルボキシル基に変えたセルロースエーテル）、ポリビニルアルコール、アルギン酸ナトリウム、ポリアクリル酸ナトリウム、デキストリン、植物ガム（=植物由来の粘着性の高分子多糖類）、ゼラチン、キトサン、ポリ酢酸ビニル、尿素樹脂、フノリ、デンプンを上げることができる。

上に列記した親水性高分子はいずれも繊維用の糊として使用できることが知られている親水性高分子であり、市販品として入手可能なものである。

したがって、本発明で、好ましく使用できる親水性高分子の一部を構成している。

これらの内、ポリビニルアルコールは特に好ましく使用できる合成高分子である。

本発明では上に例示したような親水性高分子の1種類または、2種類以上を組み合わせて使用することができる。

親水性高分子をソバ殻に付着もしくは吸収させる量は、0.1～8%、好ましくは、0.5～5%である。この%は質量%を示す。以下においても、断りのない限り質量%を示す。また、ソバ殻を基準にして使用量もしくは含有量を示す時には、特に断りのない限り、含水率14%のソバ殻に対する使用量もしくは含有量を示している。

ソバ殻の弾力性と対摩耗性を長期にわたり維持する目的からは、0.

- 4 -

1%以上、好ましくは、0.5%以上を必要とする。

他方、ソバ殻の使用感の指標にもなる、ソバ殻の手触りによる感触を損なわない範囲で、経済性を考慮して、親水性高分子を付着もしくは吸収させる量を8%以上に增量することは、一向に差し支えない。

防ダニ性もしくは抗菌性成分としては、合成化合物、生薬抽出化合物、生薬抽出エキス、生薬粉末、生薬破碎片等を使用できる。

合成化合物では、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸、パラオキシ安息香酸エステル、デヒドロ酢酸、石炭酸（フェノール）、ヨードチエンキ、逆性セッケン、塩化ベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム、クロルヘキシジン、アクリジン、アクリノール、ヘキサクロロフェン、テトラメチルチウラムジスルフィド、ビチオノール、ケイヒ酸、ケイヒアルデヒド、オルソメトキシケイヒアルデヒド、オルソメトキシケイヒ酸、ヒノキチオールを例示できる。

さらにまた、オルソメトキシケイヒアルデヒドやオルソメトキシケイヒ酸とそれらの関連化合物あるいは、ヒノキチオールとその関連化合物（一般にトロポロン型化合物と呼ばれる）のような植物由来の抗菌性成分は、生薬抽出化合物、生薬抽出エキス、生薬粉末、生薬破碎片の形態で使用可能であり、例えば、肉桂の微粉末、ヒノキやヒバの廃材の水蒸気蒸留による精油分、精油分離後の水相を使用することもできる。

上に記載したものの内、ヒノキチオールとその関連化合物（一般にトロポロン型化合物と呼ばれる）は特に好ましく使用できる防ダニ性もしくは抗菌性成分である。

本発明では例示したような防ダニ性もしくは抗菌性成分の1種類または、2種類以上を組み合わせて使用することができる。

ソバ殻に付着もしくは、吸収させる防ダニ性もしくは抗菌性成分の量は、0.0005~1%、好ましくは、0.001~0.5%である。

- 5 -

水は純水、イオン交換水を好ましく使用できるが、通常の水道水や井戸水等の自然水でも使用可能である。

有機溶媒は、メチルアルコール、エチルアルコール、イソブロビルアルコール (= 2-プロパノール)、エチルエーテル、アセトン等の、防ダニ性もしくは抗菌性成分との混合性がよく、水と親和性があり沸点の低い溶媒が適している。

本第1の発明で使用する親水性高分子と水との混合物は、例えば、水温10～95℃、好ましくは、20～60℃の水に、調製済みの混合物に対して、0.7～12%、好ましくは、1～5%となる量の親水性高分子を用いてよく混合することにより調製する。（以下、「第1調製液」と記載する）

本第3の発明で使用する、親水性高分子の他にさらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分を予め含有させた水性混合物の場合には、例えば、第1調製液に、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分を、調製済みの混合物に対して、0.005～4%、好ましくは、0.01～2%となる量を用いてよく混合することにより調製する。（以下、「第2調製液」と記載する）

本第5の発明で使用する防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物は、例えば、含有量が0.0001～20%、好ましくは、0.0003～7.5%になる量の防ダニ性もしくは抗菌性成分と有機溶媒とを良く混合して調製する。（以下、「第3調製液」と記載する）

第1調製液、第2調製液及び、第3調製液の3種類の調製液を総じて、「調製液」と記載する。

第1及び、第2調製液に有機溶媒を併用しても差し支えないし、第3調製液に水を併用しても差し支えない。

本発明で使用する調製液は均一溶液が好ましいが、分散液やラテック

- 6 -

ス状のものでも差し支えない。

調製液を散布して使用する場合の調製液の調製方法には、散布濃度より高い濃度の調製液と水もしくは有機溶媒とを散布過程で混合する方法もある。この方法には、それぞれ濃度の高い第1調製液及び、第3調製液と水とを散布過程で混合する方法が含まれる。

合成高分子、半合成高分子を含む調製液の場合には、それらの単量体の重合反応（例えば、乳化重合）や高分子の化学反応（例えば、ポリ酢酸ビニルやポリアクリロニトリルの加水分解反応、ポリビニルアルコールのアセタール化反応）を利用して直接調製液を調製する方法もある。

調製液をソバ殻に付着もしくは、吸収させる方法には、例えば、調製液にソバ殻を浸漬する方法（以下の記載において、「浸漬法」と記載する）や、ソバ殻に調製液を液状もしくは霧状で散布する方法（以下の記載において、「散布法」と記載する）等があるが、ソバ殻に付着もしくは、吸収させることができれば、調製液の調製方法、それらを付着もしくは、吸収させる方法及び、使用量に特に制限はない。

「浸漬法」においては、目安として、調製液を質量（kg）で、ソバ殻の質量（kg）あたり、4～40kg、好ましくは、5～30kg、より好ましくは、ソバ殻が十分に浸かる量、見かけ比重0.08～0.20のソバ殻の場合ならば、15～25kgである。

液温、0～100℃、好ましくは、10～90℃の調製液に、攪拌下浸漬する。

浸漬時間は、ソバ殻に調製液を充分付着もしくは、吸収させるのに要する時間以上浸漬すればよく、通常は、0.5分～2時間、好ましくは、1～30分間程度浸漬する。

この浸漬工程で、超音波を使用することは勿論可能である。

調製液が施されたソバ殻を引き上げて、滤過後、ソバ殻に付着した使

- 7 -

用済み調製液や小片を新らしい調製液で洗い落とし、濾過して、含水率 50～70%程度まで液分を切った後、乾燥する。なお、本発明では、通常の濾過法が利用できる。これらの内、重力濾過や遠心分離器による濾過を好ましく使用できる。

乾燥温度は、好ましくは、25～90°C、より好ましくは、40～70°Cである。

乾燥時間は、処理済みソバ殻の水分量が、処理前ソバ殻の水分量（生活環境下でのソバ殻の平衡水分時の含水率：通常、13～14%程度。高温多湿時、18%程度。以下、処理前ソバ殻の水分量と記載した時には、これらの含水率を示す）になる時間程度である。

なお、本発明では、箱型空気乾燥器、回転乾燥器、攪拌乾燥器や気流乾燥器を用いる通常の乾燥方法が利用できる。

散布法においては、目安として、調製液を質量（kg）で、ソバ殻の質量（kg）あたり、0.01～10kg、好ましくは、0.1～5kgを液状もしくは、霧状で散布する。

散布に要する時間は、ソバ殻に調製液を充分付着もしくは、吸収させるのに要する時間以上をかければよく、通常は、0.5分～2時間、好ましくは、1～30分程度である。

調製液の散布温度は、0～100°C、好ましくは、10～90°Cである。

調製液の使用量が多く、ソバ殻に付着もしくは、吸収されなかった残りの調製液がある場合には、濾過で除き、ソバ殻に付着した小片を新らしい調製液で洗い落とし、濾過で液分をよく切った後乾燥する。

乾燥温度、乾燥時間及び、乾燥方法は浸漬法と同様でよい。

散布法は、次のような一連の製造操作の中に好ましく組み込むことができる。

- 8 -

脱穀工程を経て得られたソバ殻から混入物を篩分法もしくは、流体の抵抗を利用する分離法等の機械的分離法で除く。

ついで、精製済みのソバ殻を、通常、ソバ殻1kgあたり15~25kgの水を用いて、20~100℃、好ましくは、60~85℃の水を張った洗浄槽で、0.5~60分、好ましくは、1~30分程度攪拌洗浄する。この浸漬洗浄工程で、ソバ殻に付着して篩分法では除けなかった混入物及び、ソバ殻中の水溶性成分も除くことができる。この工程で、ソバ殻は水を吸収し、重力濾過後、質量は3倍程度に、容積は2倍程度に増加する。なお、洗浄槽内の洗浄水の一部を循環浄化することにより、再使用しても差し支えない。

このソバ殻を遠心分離器に仕込み、含水率が50~60%程度になるまで脱水する。この脱水後もソバ殻の膨潤程度に殆ど変化がない。さらに、遠心分離器を回転しながら、調製液を液状もしくは、霧状、好ましくは霧状で、回転中心線側から、回転側壁面に局在しているソバ殻に散布する。このように浸漬洗浄工程で、予め膨潤させた後、含水率を50~60%程度にしたソバ殻に、遠心力を利用して、さらに脱水しながら、調製液を散布することにより、ソバ殻に吸収された水を、調製液で置換しながら、吸収させることが可能になる。

さらに、調製液処理工程で遠心分離器を利用することにより、回転速度を下げる、内側と外側のソバ殻を混合することもできるので、調製液をソバ殻の隅々まで行きわたらせることができる。

調製液処理工程で得られた処理済みソバ殻を、処理前ソバ殻の水分量程度に乾燥すれば、本発明の目的とする改良ソバ殻を得ることができる。

また、散布法を用いれば、機械的分離法を十分に行うことにより、浸漬法や、水による浸漬洗浄工程を含む散布法に見られるような、60~

- 9 -

70%程度含水しているソバ殻から、水を除き乾燥するために要するエネルギーの一部を節約することが可能である。

機械的分離法として、例えば、気体分級機を2段直列に設置して使用すれば、1段目で比重の大きい未脱殻ソバや小動物由来の異物等を除くことができる。2段目で、実の破碎片やソバ殻破碎片を除くことにより、いわゆる乾式洗浄を行うことができる。

この乾式洗浄によって得られたソバ殻に調製液を散布して、乾燥することにより、乾燥に要するエネルギーを少なくして、改良ソバ殻を得ることができる。

(以下、乾燥後のソバ殻を、第1調製液使用のものを「第1改良ソバ殻」、第2調製液使用のものを「第2改良ソバ殻」と記載して区別する。)

本第5の発明において、目安として、第1改良ソバ殻の質量(kg)あたり、防ダニ性もしくは、抗菌性成分を0.005~10g、好ましくは、0.01~5gを付着もしくは、吸収させるために、0.05~5kg、好ましくは、0.07~8kgの第3調製液を用いて、浸漬法もしくは散布法、好ましくは散布法で、第3処理済みソバ殻を調製した後、乾燥して、目的のソバ殻を得ることができる。(以下、「第3改良ソバ殻」と記載する)

第3改良ソバ殻を得るための再度の乾燥温度及び、乾燥時間は次のようである。

乾燥温度は、好ましくは、20~70℃、より好ましくは、30~50℃である。

乾燥時間は、第3処理済みソバ殻の水分量が、処理前ソバ殻の水分量になる時間程度である。(以下、第1処理済みソバ殻、第2処理済みソバ殻及び、第3処理済みソバ殻の3種類を総じて「処理済みソバ殻」と

- 10 -

記載し、第1改良ソバ殻、第2改良ソバ殻及び、第3改良ソバ殻の3種類を総じて「改良ソバ殻」と記載する。)

本発明による改良ソバ殻は、処理前ソバ殻に比べて、弾力性と耐久性が著しく向上しているので、対摩耗性に優れ、長期使用による粉だちが極度に少ない。

また、第2及び、第3改良ソバ殻は、防ダニ性もしくは抗菌性成分を処理してあるので、第1改良ソバ殻に、防ダニ性、抗菌性が付与されている。

ソバ殻に、親水性高分子と、防ダニ性もしくは抗菌性成分とを併用することにより、すなわち、ソバ殻、親水性高分子と、防ダニ性もしくは抗菌性成分との3種類を組み合わせることにより、防ダニ、抗菌効果の持続性が予想外に長い点に、第2及び、第3改良ソバ殻の意外性がある。

意外性の理由は、未だ明かではないが、長期の対摩耗性と相まって、本発明を特徴づけている。この意外性はソバ殻、ポリビニルアルコール及び、ヒノキチオールの組み合わせで一層顯著であり、ヒノキチオールの効果を長期にわたり持続させることができる。

さらに、改良ソバ殻と未処理ソバ殻を比較してみると、手触りによる感触、光沢、香り等の点で、爽快感を感じさせる特徴がある。

したがって、本発明により得られる、改良ソバ殻、特に、第2及び、第3改良ソバ殻は、寝具類の充填素材及び、緩衝素材として好適に使用できる。

中でも特に、篩分精製済みソバ殻から、浸漬洗浄工程、ついで、還心分離器を使用する散布法により調製液を処理する工程等の一連の工程の組み合わせで得られる改良ソバ殻がより好ましい適性を有している。

- 11 -

### 実施例

以下に本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。

なお、実施例では、いずれも市販品を使用した。

ソバ殻：茨城県産

ポリビニルアルコール：（株）クラレ社製のポバール 117

ヒノキチオール：（株）関東化学製

水：水道水

#### 参考例 1

##### ソバ殻の篩分精製

脱穀工程を経て得られたソバ殻 20 kg を、網篩を用いて、未脱穀のソバ、実の破碎片、ソバ殻破碎片、小動物由来の異物等の混入物を除き、篩分精製ソバ殻 18 kg を得ることができた。

この 18 kg のソバ殻を以下の参考例 2、製造例 1～4、試験例 1、2（処理前ソバ殻と記載し、比較用に用いた）で使用した。

#### 参考例 2

##### 篩分精製済みソバ殻の含水率の測定

参考例 1 で得られた篩分精製済みソバ殻 1 kg を金網製の籠に入れて、気流乾燥器（YAMATO FINE OVEN DF-61）中、120 °C の加熱空気で 2 時間乾燥し、860 g で恒量になったことを確認した。これより、このソバ殻の含水率を 14 % とした。

#### 製造例 1

##### 第 1 改良ソバ殻の製造（第 1 調製液を用いた浸漬法による）

ポリビニルアルコール 1.5 % を含有する水溶液を調製した（以下、第 1 調製液 A と記載する）。

30 L（リットル）のポリ容器に、20 °C の第 1 調製液 A 10 L を入

- 12 -

れ、そこへ、ソバ殻 1 kg を 10 分間浸した。ついで、ソバ殻をすくい上げ、液切り後、2 L の第 1 調製液 A ですすいだ。さらに、液切り後、70 °C の乾燥機で乾燥し、第 1 改良ソバ殻（製造例 1）を得た。

#### 製造例 2

##### 第 2 改良ソバ殻の製造（第 2 調製液を用いた浸漬法による）

ポリビニルアルコール 1. 5 % と、ヒノキチオール 0. 02 % とを含有する水溶液を調製した（以下、第 2 調製液 B と記載する）。

30 L（リットル）のポリ容器に、20 °C の第 2 調製液 B 10 Lを入れ、そこへソバ殻 1 kg を 10 分間浸した。ついで、ソバ殻をすくい上げ、液切り後、2 L の第 2 調製液 B ですすいだ。さらに、液切り後、70 °C の乾燥機で乾燥して、第 2 改良ソバ殻（製造例 2）を得た。

#### 製造例 3

##### 第 3 改良ソバ殻の製造

（調製混合物を第 1 改良ソバ殻に処理する方法による）

ヒノキチオールのエチルアルコール溶液（0. 2 % ヒノキチオール含有）100 ml を、製造例 1 の方法で得た第 1 改良ソバ殻 1 kg に、まぶした後、再び乾燥して、第 3 改良ソバ殻（製造例 3）を得た。

#### 製造例 4

##### 第 2 改良ソバ殻の製造（第 2 調製液を用いた散布法を含む一連の工程による製造）

###### ① 浸漬洗浄工程

篩分精製ソバ殻 12 kg を、65 °C の水 200 L に浸漬し、16 分間、攪拌洗浄した。

この工程で、ソバ殻は水を吸い込み、その容積は 1. 67 倍に膨潤した。

重力濾過で余剰の水を除いた後、さらに 65 °C の水 25 L を上部から

- 13 -

均一に散布して、さらに洗浄し余剰の水を重力濾過で除いて、浸漬洗浄工程を終了した。

②散布工程（第2調製液を使用）

（a）第2調製液の調製法、散布量及び、散布法

[i] 50℃の水1800gを攪拌しながら、ポリビニルアルコール200gを少量ずつ溶かしながら加えた。ついで、3時間かけて温度を90℃まで上げて均一にとかし、ポリビニルアルコール10%水溶液を調製した。15℃まで冷ました後、以下の[iii]のようにして散布に使用した。

[ii] 15℃で、ヒノキチオール6gに95%エチルアルコールを加えて、全量で60gとして、ヒノキチオール10%エチルアルコール溶液を調製した。

[iii] ダイヤフラムポンプ(MEITOU BR2000T)を用いて、15℃のポリビニルアルコール10%水溶液1550g、15℃のヒノキチオール10%エチルアルコール溶液48g、15℃の水2938gとスチーム264gとから調製しながら、40～50℃の第2調製液4800gを散布した。

（b）散布工程

上の①で得られた膨潤したソバ殻の全量を遠心分離器（内径500mm、長さ1200mm）に仕込み、遠心力22Gで含水率が60%になるまで脱水した。この脱水後もソバ殻の膨潤程度に殆ど変化がなかった。さらに、遠心力22Gで回転しながら、霧状にした調製液4800g[第2調製液の調製法、散布量及び、散布法は、上の（a）に記載した]を、3.5分間かけて、遠心分離器内の回転中心線側から回転側壁面に一様に局在しているソバ殻に向けて散布した。

散布終了後、遠心力を0.3Gまで下げて、3分間ソバ殻を混ぜ合わ

- 14 -

せた。

### ③乾燥工程

気流乾燥器 (YAMATO FINE OVEN DF-61) で 98 °C の加熱空気を用いて、上の②で得られた処理済みソバ殻を含水率 14 % まで乾燥して、第 2 改良ソバ殻 (製造例 4) 1.2 kg (見かけ比重、0.09) を得ることができた。

### ④得られた第 2 改良ソバ殻の諸性質

改良ソバ殻と未処理ソバ殻を比較してみると、手触りによる感触、光沢、香り等の点で優れていた。

この第 2 改良ソバ殻から、下記の分析法で 367 ppm のヒノキチオールを検出した。

#### ヒノキチオールの分析法 :

(a) ヒノキチオール 20 mg を 100 ml の褐色メスフラスコに取り、アセトニトリルで定容した。この 2 ml を褐色メスフラスコに取り、10 mM EDTA 添加のアセトニトリル／水 (50/50) の混合溶媒で定容し、ヒノキチオール標準液とした。

(b) ソバ殻 5 g を 200 ml の褐色三角フラスコに取り、10 mM EDTA 添加の 2-プロパノール／水 (50/50) の混合溶媒 100 ml を加えて、60 °C の水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間攪拌した。この上澄み液の 1 ml をとり、10 mM EDTA 添加のアセトニトリル／水 (50/50) の混合溶媒で希釈し、0.2 μ のフィルターを用いて HPLC に注入した。

#### (c) HPLC の条件

装置 : 島津 LC-10 A システム

カラム : L-column ODS (4.6 mm × 250 mm)

- 15 -

カラム温度: 40 °C

溶離液 : アセトニトリル／水 (20 mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)  
= 60 / 40 (V / V)

流量 : 1 ml / min

検出器 : 島津 SPD-10A

検出波長 : 330 nm

感度 : 0.025 AUFS

保持時間 : 5.4分 (ヒノキチオール)

#### 試験例 1

##### 改良ソバ殻の粉だち防止効果試験

改良ソバ殻（製造例1～4）及び、処理前ソバ殻、各々100mlを厚手のポリエチレンの袋に秤取り、封をして30分間手もみ後、粉だちの状況を調査した。

4種類の改良ソバ殻には粉だちが認められなかった。他方、処理前ソバ殻には明かな粉だちが認められた。

#### 試験例 2

##### 改良ソバ殻の抗菌処理効果試験

4種類（製造例1～4）の改良ソバ殻と、処理前ソバ殻をPDA培地〔（株）ニッスイ製〕上に置床し、28°Cで培養した。5日間培養後、微生物の発生の有無を調査した。

結果を第1表に示した。

- 16 -

第1表 抗菌処理効果試験の結果

試験番号	内容	微生物の発生	
		カビ類	細菌類
1	第1改良ソバ殻 (製造例1)	有	有
2	第2改良ソバ殻 (製造例2)	無	無
3	第3改良ソバ殻 (製造例3)	無	無
4	第2改良ソバ殻 (製造例4)	無	無
5	処理前ソバ殻	有	有

## 産業上の利用可能性

親水性高分子及び、防ダニ性もしくは抗菌性成分と、水との混合物を、ソバ殻に付着もしくは、吸収させた後、乾燥するか、親水性高分子と水との混合物を、ソバ殻に付着もしくは、吸収させた後、乾燥し、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することにより、対摩耗性に優れ、長期使用による粉だちが極度に少なく、防ダニ性及び、抗菌性を有するソバ殻を得ることができる。

- 18 -

### 請求の範囲

1. ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止処理方法。
2. ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止処理を施したソバ殻。
3. ソバ殻に、防ダニ性もしくは抗菌性成分と、親水性高分子及び、水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法。
4. ソバ殻に、防ダニ性もしくは抗菌性成分と、親水性高分子及び、水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理を施したソバ殻。
5. ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥し、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理方法。
6. ソバ殻に、親水性高分子と水との混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥し、さらに、防ダニ性もしくは抗菌性成分の有機溶媒混合物を付着もしくは、吸収させた後、乾燥することを特徴とする粉だち防止及び、防ダニ、抗菌処理を施したソバ殻。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP96/00065

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl<sup>6</sup> A47G9/00, C08F8/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl<sup>6</sup> A47G9/00, C08F8/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926 - 1996
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971 - 1996
Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994 - 1996

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	Microfilm of the specification and drawings annexed to the written application of Japanese Utility Model Application No. 74583/1986 (Laid-open No. 185574/1987) (Katsumasa Noguchi), November 25, 1987 (25. 11. 87), Line 3, page 3 to line 2, page 4 (Family: none)	1 - 6
Y	JP, 61-81403, A (Kuraray Co., Ltd.), April 25, 1986 (25. 04. 86), Lines 5 to 16, right column, page 1 (Family: none)	1 - 6
Y	Microfilm of the specification and drawings annexed to the written application of Japaense Utility Model Application No. 166723/1979 (Laid-open No. 83277/1981) (Masaki Yoshimura), July 4, 1981 (04. 07. 81), Lines 9 to 13, page 2 (Family: none)	3 - 6

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

- Special categories of cited documents:
- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
May 17, 1996 (17. 05. 96)Date of mailing of the international search report  
May 28, 1996 (28. 05. 96)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office  
Facsimile No.Authorized officer  
Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' A 47 G 9/00, C 08 F 8/00

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' A 47 G 9/00, C 08 F 8/00

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996

日本国公開実用新案公報 1971-1996

日本国登録実用新案公報 1994-1996

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	日本国実用新案登録出願 61-74583号 (日本国登録出願公開 62-1855 74号) の願書に添付された明細書及び図面のマイクロフィルム (野口克昌) 25. 11月. 1987 (25. 11. 87) 明細書第3頁第3行-第4頁第2行 (ファミ リーなし)	1-6
Y	J P. 61-81403, A (株式会社クラレ) 25. 4月. 1986. (25. 04 . 86) 第1頁右欄第5行-第16行 (ファミリーなし)	1-6
Y	日本国実用新案登録出願 54-166723号 (日本国登録出願公開 56-832 77号) の願書に記載された明細書及び図面のマイクロフィルム (吉村正樹) 04. 7月. 1981 (04. 07. 81) 明細書第2頁第9行-第13行 (ファミリーな し)	3-6

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

17. 05. 1986

## 国際調査報告の発送日

28.05.96

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100

東京都千代田区霞が関三丁目 4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

和泉 等

3K 6908

印

電話番号 03-3581-1101 内線

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

**BLACK BORDERS**

**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT OR DRAWING**

**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

**GRAY SCALE DOCUMENTS**

**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

**OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**